

رقم ٣ - ١٢ / ١٩٥٧

جمعية المهندسين المصريين

٢٨ شارع رمسيس بالقاهرة - تأسست في ٣ ديسمبر سنة ١٩٢٠

مواصفات

الطرق القياسية

لعمليات التحليل الكيميائي الخاصة بالحرايات

الثنى ١٠٠ ملجم

ESEN-CPS-BK-0000000329-ESE

00426416

رقم ٣ - ١٢ / ١٩٥٧

جمعية المهندسين المصريين

٢٨ شارع رمسيس بالقاهرة - تأسست في ٣ ديسمبر سنة ١٩٢٠

مواصفات

الطرق القياسية

لعمليات التحليل الكيميائي الخاصة بالمخبرات

مطبعة الاعتماد بمصر

السادة أعضاء لجنة مواصفات مواد البناء في فترة عام ١٩٥٥ -

: ١٩٥٦

محمد عزيز كمال

أستاذ المواد سابقا بكلية الهندسة (جامعة القاهرة)

محمد خالد سعد الدين

نائب مدير عام مصلحة المباني بوزارة الشؤون البلدية والقروية

محمد محمود ابراهيم

رئيس قسم التعدين بكلية الهندسة (جامعة القاهرة)

مصطفى السعيد

أستاذ المواد بكلية الهندسة (جامعة عين شمس)

حسن البهتيمي

مدير شركة مصر للتناجم والمحاجر

محمد محمد عرفى

اخصائى الكيمياء الصناعية بكلية الهندسة (جامعة القاهرة)

جمال جاد

اخصائى الحرارية والخزف بالمركز القومى للبحوث

جمعية المهندسين المصريين

لجنة مواصفات مواد البناء

الطرق القياسية لعمليات التحليل الكيميائي

الخاصة بالحراريات

يتبع لإجراء عمليات التحليل الكيميائي الخاصة بالحراريات
المواصفات والطرق القياسية الآتية :

١ - طريقة أخذ العينات :

أولا - للطوب والقطع الحرارية .

يؤخذ على الأقل ثلاث طوبات أو ثلاث قطع حرارية تمثل بقدر
الامكان الكميات الموردة وتكسر كل طوبة أو قطعة إلى نصفين ويطحن
نصف من كل على حدة ليرجميعه من منخل مقاس فتحته ٢,٨٣ ملم
(كالمنخل القياسي رقم BS ٧ أو ما يماثله) ثم يخلط الناتج من عملية
المنخل ويكوم على شكل مخروط (كوم) ثم يقسم إلى أربعة أقسام متساوية
ما أمكن يختار منها قسيان متقابلان ويخلطان ثانية ويعمل منهما كوم جديد
يقسم مرة أخرى إلى أربعة أقسام يؤخذ منها قسيان متقابلان وتكرر
هذه العملية إلى أن يصبح مجموع وزن قسمين متقابلين ٢٠٠ جم تقريبا
ثم يصحن المقدار المختار إلى أن يجميعه من منخل سعة فتحته ٠,٥٩ ملم
(كالمنخل القياسي رقم BS ٣٠ أو ما يماثله) .

ثانيا : للحراريات المطحونة :

تؤخذ من الحراريات المطحونة كمية قدرها ٦ كجم لتمثل الكمية الموردة وتجرى لها عملية التجزئة التي سبق شرحها في طريقة أخذ عينات الطوب والقطع الحرارية للحصول على ما مقداره ١ كجم ويطحن هذا المقدار ليمزج جميعه في منخل سعة فتحاته ٢,٨٣ ملم ثم يقسم بنفس الطريقة السابق شرحها للحصول على كمية قدرها ٢٠٠ جم تصحن بعدئذ لتمر بتمامها من منخل سعة فتحاته ٠,٥٩ ملم .

٢ — المواد الكيميائية المستعملة في التحليل .

يجب أن تكون جميع المواد والمحاليل المستخدمة في عملية التحليل الكيميائي للحراريات مواد نقية تامة النقاء وخاصة باجراء التحاليل الكيميائية كما يجب أن يكون الماء المستعمل ماء مقطرا .

٣ — طريقة التحليل وتشمل : —

أولا : تقدير كمية الرطوبة :

يسخن ما مقداره من ٥ إلى ١٠ جرامات من المادة المجففة في الهواء (المادة التي تكون قد مرت من منخل مقاس ١١٠ عينا (٠,١٢٥ ملم) في فرن التجفيف عند حرارة ١١٠°م إلى أن يثبت الوزن ويمثل الفرق بين الوزنين مقدار الرطوبة في العينة . وتقدر الرطوبة مئويةا بالنسبة للوزن الجاف .

ثانيا : تقدير الفقد في الوزن بالتسخين :

يسخن جرام واحد من العينة المسحوقة المجففة (التي سبق تجفيفها في فرن التجفيف عند حرارة 110°C) في بوتقة من البلاتين إلى 100°C بزيادة أو نقص مقداره 25°C إلى أن يثبت وزن العينة ، ويراعى أن يكون تسخين العينة في جو مؤكسد (أى تكون العينة على اتصال مباشر بالهواء) ويكونى عادة لعملية الحريق هذه حوالى ٣٠ دقيقة ثم يسجل الفقد في الوزن منفصلا عن نتائج التحليل تحت عنوان : « الفقد في الوزن عند التسخين » ، ويقدر مثويا بالنسبة لوزن العينة المجففة عند 110°C .

ويتغير الفقد في الوزن بالتسخين حسب طبيعة العينة فقد يحتوى على نقص في الوزن يرجع سببه إلى وجود مواد كربونية في العينة أو إلى زيادة في الوزن يرجع سببها إلى أكسدة مركبات حديدية موجودة بالعينة

ثالثا : تقدير السيليكا وأكاسيد الحديد والالمنيوم والتيتانيوم والكاسيوم والمغنسيوم .

(١) صهر العينة :

يصر جرام واحد من العينة المجففة عند 110°C والمسحوقة سحقا ناعما مع ٧ جم من كربونات الصوديوم اللامائية في بوتقة من البلاتين ذات غطاء . وترفع درجة الحرارة تدريجيا إلى أن تزول الرغوة المتكونة من جراء التسخين ثم يستمر في عملية الصهر إلى أن تتم وذلك برفع درجة الحرارة إلى 1000°C لمدة ثلاثين دقيقة مع مراعاة تحريك البوتقة تحريكا خفيفا من آن لآخر لضمان الخلط الجيد أثناء عملية الانصهار ثم

تبرد البوتقة بمحتوياتها لجأة وذلك بغمر نصفها الأسفل في وعاء به ماء بارد. ثم توضع بوتقة البلائين وغطاؤها في جفنة من البلائين أو من الصيني بها ١٠٠ سم^٢ من الماء المقطر الساخن ثم تغطى الجفنة بزجاجة ساعة وتضاف بضع قطرات من الكحول النقي ثم يضاف تدريجياً ٣٠ سم^٣ من حمض الهيدروكلوريك (وزنه النوعى ١,١٦) وتدفا الجفنة حتى يمكن ازالة المادة المنصهرة من البوتقة ومن غطائها تماماً ثم تغسل البوتقة وغطاؤها بالماء المقطر الساخن جيئدا الى أن يزول تماماً ما قد يكون عالقا بهما من المادة المنصهرة ويستخدم في عملية الازالة هذه قضيب من الزجاج مغلى رأسه بقطعة من المطاط ثم تفتت أية قطعة من العينة لم يتم ذوبانها في المحلول .

(ب) تقدير السيليكا .

يسخر المحلول الناتج من المادة المنصهرة حتى الجفاف على حمام ساخن. وعما يسهل عملية التجفيف التام تكسير القشرة التي تتكون على سطح المحلول أثناء التبخير من آن لآخر وعندما يتم التجفيف تغطى الجفنة بزجاجة ساعة وتبلل محتويات الجفنة بمقدار ٢٠ سم^٢ من حمض الهيدروكلوريك (وزنه النوعى ١,١٦) وتترك لبضع دقائق ثم يضاف مقدار ٧٥ سم^٣ من الماء الساخن حتى تذوب جميع الأملاح ثم تسخن الجفنة على حمام مائى لمدة ٥ دقائق ويرشح بعدها المحلول (ويستخدم في عملية الترشيح هذه ورق ترشيح واتمان رقم ٤١ أو ما يماثله) ويتم نقل السيليكا إلى ورقة الترشيح باستخدام ماء ساخن دافق وليس من الضروري

حك الجفنة بالقضيب الزجاجي ثم يغسل الراسب ٥ مرات بمحض الهيدروكلوريك المخفف (١ : ٩٩) . ويتبع ذلك بماء ساخن إلى أن يصبح ماء الغسل خالياً من آثار الحمض (ويتحقق ذلك بالاختبار الخاص للكشف عن الكلوريدات) . ويحتفظ بعد ذلك بورقة الترشيح المحتوية على الراسب لعملية الحرق التالية ثم يرد الرشيح إلى الجفنة مرة ثانية . ويعاد تبخيرهُ حتى الجفاف وتغطى الجفنة بزجاجة ساعة ثم توضع في فرن التجفيف الهوائي لمدة ساعة عند ١١٠° م ثم تترك لتبرد وتبلل محتويات الجفنة بعد ذلك بحوالي ٢٠ سم^٣ من حمض الهيدروكلوريك (وزنه النوعي ١,١٦) وتترك لبضع دقائق ثم يضاف مقدار ٧٥ سم^٣ من الماء الساخن وترفع الجفنة على حمام مائي لمدة ٥ دقائق ثم ترشح محتويات الجفنة (باستخدام ورق ترشيح وإتمان رقم ٤٠ أو ما يماثلهُ) وذلك بنقلها إلى ورقة الترشيح باستخدام الماء الساخن الدافئ مع حك الجفنة بقطعة من المطاط مركبة على قضيب من الزجاج ثم يغسل الراسب خمس مرات بمحض الهيدروكلوريك المخفف (١ : ٩٩) وبعد ذلك بالماء الساخن إلى أن يصبح ماء الغسل خالياً من آثار الحمض ويحتفظ بالرشح ونواتج عمليات الغسل لتقدير كمية أكاسيد الحديد والالانيم والتيتانيوم الخ . . .

وتوضع ورقتا الترشيح المحتويتان على الراسبين دون تجفيف في بوتقة من البلاتين معلوم وزنها ثم تسخن البوتقة بحرص لتجفيف الراسب وتفحيم ورقى الترشيح ثم تحرق الورقتان برفع درجة حرارة التسخين

إلى أن تطرد مادة الكربون وترفع درجة الحرارة تدريجياً إلى أن يتم حرق الراسب عند حرارة قدرها 1050°C لمدة ثلاثين دقيقة وإلى أن يثبت وزن الراسب ثم تترك البوتقة لتبرد في مجفف وتوزن بعد ذلك لتعيين وزن السيليكا (غير النقية) ثم تبلل السيليكا المحروقة ببضع قطرات من حمض الكبريتيك المخفف (١ : ١) ويضاف إليها حوالي ١٠ سم^٣ من حمض الهيدروفلوريك وتبخر ببطء حتى الجفاف على حمام مائي أو ما يماثله (ويجب أن يجرى ذلك في دولاب الأبخرة) ثم تحرق البوتقة بما تبقى بها عند 1050°C لمدة ٥ دقائق ثم تترك لتبرد وتوزن بعدئذ وي طرح وزن المتبقى بها من وزن السيليكا غير النقية لتحديد وزن السيليكا الموجودة في العينة المختبرة وإذا زاد وزن المتخلف من هذه العملية عن ٥ ميليغرامات تعاد عملية إضافة حمض الكبريتيك وحمض الهيدروفلوريك للتأكد من تمام التخلص من السيليكا .

ويصير المتخلف في بوتقة البلاطين مع كمية من كربونات الصوديوم اللامائية ثم تذاب المادة المنصهرة بعد تبريدها في حمض الهيدروكلوريك المخفف (١ : ١) ويضاف المحلول الناتج إلى الرشيق المحتفظ به لتعيين أكاسيد الحديد والالومنيوم والتيتانيوم الخ .

(ج) تقدير أكاسيد الحديد والالومنيوم والتيتانيوم .

وللعمل بكل دقة يجب إزالة البلاطين المذاب من المحاليل المجمعة المحتوية على أكاسيد الحديد والالومنيوم والتيتانيوم فترسب البلاطين بتمرير كبريتور الهيدروجين في المحلول ثم يرشح ويغلى الرشيق لطرد

كبريتور الهيدروجين ثم يؤكسد الحديد ثانية باضافة ماء البروم ثم يغلى المحلول لطرد البروم .

ويضاف إلى المحلول (الذى يكون مقداره ٣٠٠ سم^٣ تقريبا) ما بين جرامين وثلاثة من كلوريد الامونيوم الصلب ويسخن المحلول إلى ٨٠° م تقريبا ثم تضاف الامونيا المخففة (١ : ١) مع التقليب إلى أن يبدو أن الترسيب قد تم ويجعل المحلول قلويا — ويعرف ذلك باختباره بأحمر الميثيل — ثم يغلى المحلول القلوى لمدة دقيقتين ويترك لمدة خمس دقائق كي يركز الراسب ثم يرشح على ورق ترشيح واتمان رقم ١٤ أو ما يماثله وينقل الراسب جميعه إلى ورقة الترشيح ويغسل خمس مرات بمحلول نشادرى من نترات الامونيوم (١٪) ويحتفظ بالرشيع ومياه الغسل ويعاد الراسب ثانية إلى كأس الترسيب وتبل ورقة الترشيح بقليل من حمض الهيدروكلوريك المخفف الساخن (١ : ١) وتغسل بالماء وتضاف مياه الغسل هذه إلى كأس الترسيب كما يحتفظ بورقة الترشيح لحرقها فيما بعد ثم يذاب المتبقى في حمض الهيدروكلوريك مع مراعاة أن أن تكون زيادة الحمض طفيفه ثم يضاف جرام من كلوريد الامونيوم الصلب ويخفف المحلول إلى ٣٠٠ سم^٣ بالماء وتعاد عملية الترسيب كما سبق شرحه وبعد أن يتم الترسيب تضاف إلى الراسب لبابة من ورق الترشيح أو أية مادة مساعدة على الترشيح ويقلب الراسب بشدة ثم يرشح على ورق ترشيح واتمان رقم ١٤ أو ما يماثله ويغسل الراسب للتخلص من الكلوريدات بمحلول نشادرى من نترات الامونيوم (١٪) ويضاف

الرشيع ومياه الغسل إلى المحلول المحتفظ به كما يحتفظ بالراسب وورق الترشيح للحرق . ثم يضاف إلى المحاليل المرشحة المجمعة حمض الهيدروكلوريك إلى أن تصبح حمضية وتبخر إلى أن يصبح حجمها نحو ١٥٠ سم^٣ وتجعل قلوية تماما بإضافة أمونيا مخففة (١ : ١) إليها ويختبر ذلك بوساطة أحمر الميثيل . وإذا ظهر أى راسب فعندئذ يجب ترشيحه وترسيبه ثانية وغسله كما وصف فيما سبق ويحتفظ بورقة الترشيح للحرق . ويضاف حمض الهيدروكلوريك بعدئذ إلى المحلول أو الرشيع ومياه الغسل إلى أن تصبح حمضية ويحتفظ بالمحلول لتقدير أول أكسيد الكالسيوم وأوكسيد المغنسيوم .

وتوضع الرواسب وأوراق الترشيح المحتفظ بها للحرق في بوتقة من البلاتين معروفة الوزن ويسخن أولا ببطء لتجفيف الرواسب . ولتفحيم ورق الترشيح ثم يحرق الكربون وما يتبقى عند ١٠٥٠°م إلى أن يثبت الوزن ويحصل هكذا على وزن لا كاسيد الحديد والالمنيوم والتيتانيوم مجتمعة . ثم تظهر هذه الأوكاسيد بعد وزنها في نفس بوتقة البلاتين مع ٦ جم تقريبا من بيروكربونات البوتاسيوم الخالية من الحديد ثم تبرد البوتقة وتستخلص المادة المنصهرة في كأس مع ١٥٠ سم^٣ من الماء ونحو ٥ سم^٣ من حمض الكبريتيك (وزنه النوعي ١,٨٤) . هذا وللعمل بدقة فإنه قد يتحصل على أية سيليكات ذائبة بتبخير المحلول إلى أن تظهر أبنجرة حمض الكبريتيك ثم يخفف المحلول بالماء ويرشح ويحرق

المتبقى ويعالج بمحضر الهيدروفلوريك ومحضر الكبريتيك للحصول على السيليكا المستخلصة ويضاف وزن هذه السيليكا إلى وزن السيليكا الذي حصل عليه من قبل ويراعى خصم وزن السيليكا المستخلصة من وزن أكسيد الحديد والالمنيوم والتيتانيوم المختلطة .

ويخفف المحلول الناتج من المادة المنصهرة مع البيروكبريتات أو الرشيق الناتج من استخلاص السيليكا إلى ٢٥٠ سم^٣ تماماً في قنينة مدرجة وسيسار إلى هذا المحلول في هذه المواصفة بأنه « المحلول الاحتياطي » .

يقدر الحديد بطريقة قياس اللون باستخدام محضر الثايوجليكوليك إذا لم يزد أكسيد الحديد عن ١٪ وبالطريقة العيارية إذا زاد مقداره عن ١٪ .

طريقة حمض الثايوجليكوليك :

يؤخذ من المحلول الاحتياطي ١٠ سم^٣ تخفف بالماء في قنينة مدرجة إلى ٢٥٠ سم^٣ وذلك للحصول على « محلول الاختبار » ثم تملأ سحاحة بمحلول قياسي للحديد (١ سم^٣ = ٠.٠٠٥ ملليجرام من أكسيد الحديد ح_٢ أ) وتملأ سحاحة أخرى بالماء المقطر ويستخدم زوج من مخابير « نسلر » حجم كل منهما ١٠٠ سم^٣ ثم يضاف ١٠ سم^٣ من الماء إلى ١٠ سم^٣ من محلول حمض الطرطريك (١٠٪) في اختبار نسلر رقم (١٠) .

كما يضاف ١٠ سم^٣ من محلول الاختبار إلى ١٠ سم^٣ من حمض الطرطريك (١٠٪) في اختبار نسلر رقم دب، ويخفف كل من المحلولين إلى ٥٠ سم^٣ بالماء. ويضاف ٣ سم^٣ من حمض الثايوجليكوليك ويتبع ذلك بإضافة ٥ سم^٣ من الأمونيا المخففة (١ : ١) إلى محتويات كل من اختباري نسلر ثم قلب المحاليل وبعد ٥ دقائق يضاف محلول الحديد القياسي ببطء من السحاحة إلى اختبار نسلر رقم داء كما يضاف مقدار مساو من الماء إلى اختبار نسلر رقم دب، مع مراعاة التقليب إلى أن يتفق اللونان مع بعضهما عند النظر إلى الزجاجتين وهما في وضع رأسي .

وحيث أن مقدار الحديد الموجود في ١٠ سم^٣ من محلول الاختبار مساو لمقدار الحديد الموجود في حجم محلول الحديد القياسي المضاف فيمكن بذلك تقدير كمية أكسيد الحديد في العينة .

طريقة المحاليل العيارية :

يخفف المحلول الاحتياطي إلى ٣٥٠ سم^٣ تقريبا ويسخن تماما إلى درجة الغليان ثم يبعد عن مصدر الحرارة ويمرر فيه تيار من غاز كبريتور الهيدروجين لمدة ١٥ دقيقة ثم يعاد تسخين المحلول إلى ٦٠°م حيث يبقى عند هذه الدرجة لمدة ٥ دقائق ثم يرشح بطريقة السحب فوق طبقة من لباب ورق الترشيح لازالة كبريتور البلاطين وتغسل القنينة والراسب جيدا بمحلول كبريتور الهيدروجين ثم يسخن الرشيع ثانية حتى درجة الغليان ويمرر فيه تيار من غاز كبريتور الهيدروجين لمدة ٥ دقائق أخرى

ويضاف ١٠ سم^٣ من حمض الكبريتيك المخفف (١ : ١) ويغلى في قنينة مركب عليها « حمام بزن » إلى أن يطرد كبريتور الهيدروجين (ويختبر ذلك بورق خلاص الرصاص) ويستمر في الغليان لمدة ١٠ دقائق أخرى ثم تبرد القنينة دون تزع « حمام بزن » ويعاير بعد ذلك المحلول بمحلول قياسي من برمنجانات البوتاسيوم (٠.٢ ع) .

ويختر المحلول المعيار إلى أن يصبح حجمه ١٥٠ سم^٣ تقريباً ثم يخفف بالماء إلى أن يصبح حجمه ٢٥٠ سم^٣ تماماً وذلك للحصول على محلول الاختبار ، اللازم لتعيين أوكسيد التيتانيوم .
(٥) تقدير أوكسيد التيتانيوم .

يقدر أوكسيد التيتانيوم بطريقة قياس اللون باستخدام فوق أوكسيد الهيدروجين .

تملاً مساحة بمحلول قياسي من التيتانيوم (١ سم^٣ = ١ ملليجرام من أوكسيد التيتانيوم) كما تملاً مساحة أخرى بالماء ويستخدم زوج من مخاير نسلر سعة كل منهما ١٠٠ سم^٣ ويوضع في مخبار نسلر رقم « ١ » مقدار ٥٠ سم^٣ من المحلول الاحتياطي ويوضع ١٠ سم^٣ من حمض الكبريتيك (١ : ٩) ومقدار ٤٠ سم^٣ من الماء في مخبار نسلر رقم « ب » إذا كان الحديد قد عين بطريقة قياس اللون وألا فيوضع ٢٠ سم^٣ من حمض الكبريتيك المخفف (١ : ٩) ومقدار ٣٠ سم^٣ من الماء في مخبار نسلر رقم « ب » إذا كان الحديد قد قدر بطريقة المعايرة ثم يضاف مقدار ١٠ سم^٣ من فوق أوكسيد الهيدروجين (قوته = ٢٠ حجاً) إلى

محتويات كل من مخبارى نسلوم قلب المحاليل ويضاف ببطء محلول التيتانيوم القياسى من السحاحة إلى مخبار نسلر رقم ١٥، ومقدار حجم مساو من الماء إلى مخبار نسلر رقم «ب» مع التقليب إلى أن يتفق اللونان مع بعضهما عند النظر إلى الزجاجتين وهما فى وضع رأسى .

وحيث أن كمية أكسيد التيتانيوم الموجودة فى ٥٠ سم^٣ من محلول الاختبار المستعمل تساوى كمية أكسيد التيتانيوم الموجودة فى محلول التيتانيوم القياسى فيمكن بذلك تقدير كمية أكسيد التيتانيوم الموجود فى العينة .

(و) تعيين أكسيد الألمنيوم .

يطرح مقدار وزنى أكسيد الحديد وأكسيد التيتانيوم من وزن الأكاسيد المختلطة الناتجة من عملية الترسيب بالأمونيا للحصول على وزن أكسيد الألمنيوم فى العينة وقد يحوى هذا الوزن كذلك أية نوسفات فى العينة وإذا أريد تقديرها فانه يجب اجراء ذلك على عينة منفصلة . وفقا لإحدى الطرق القياسية .

(ز) تقدير أكسيد الكلسيوم .

يجعل حجم المحلول المحتفظ به لتقدير أكسيد الكلسيوم ٢٥٠ سم^٣ تقريبا ثم يضاف اليه جرام واحد من أو كسالات الأمونيوم ويغلى بعد ذلك وتضاف اليه الأمونيا المخففة (١ : ١) مع مراعاة التقليب إلى أن يصبح المحلول قلويا ثم يضاف ١٠ سم^٣ من الأمونيا المخففة (١ : ١)

ويغطى الكأس بزجاجة ساعة ويوضع على حمام مائي لمدة ساعتين ويترك ليبرد ومن المفضل تركه لليوم التالي ثم يرشح على ورق ترشيح واتمان رقم ٤ أو ما يماثله ويفصل الراسب ٤ مرات بمحلول بارد من أوكسالات الأمونيوم (١/١) ويحتفظ بالرشيع ومياه الفصل لتقدير أوكسيد المغنسيوم ثم يرد الراسب ثانية إلى كأس الترسيب وتبلل ورقة الترشيح بحمض النتريك المخفف (١ : ١) وتفصل جيدا بالماء الساخن وتجمع مياه الفصل في كأس الترسيب ويحتفظ بورقة الترشيح للحرق وبذباب الراسب في حمض النتريك المخفف الساخن (١ : ١) ويخفف المحلول إلى ٨٠ سم^٣ تقريبا ويضاف مقدار ٢.٥ جم من أوكسالات الأمونيوم الصلبة ويغلى المحلول ثم ترسب أوكسالات الكلسيوم كما سبق شرحه وتترك لتبرد وتتركز مدة ٣ ساعات على الأقل ثم ترشح الأوكسالات على ورق ترشيح واتمان رقم ٤ أو ما يماثله ويفصل الراسب جيدا بمحلول بارد من أوكسالات الأمونيوم (١/١) ويضاف الرشيع ومياه الفصل إلى المحلول المحتفظ به لتقدير أوكسيد المغنسيوم ويجعل المحلول حمضيا بإضافة حمض الهيدروكلوريك (وزنه النوعي ١,١٦) إليه. ثم تحرق أوراق الترشيح بالراسب بكل احتراس في بوتقة من البلاتين معلوم وزنها ويكون الحرق أولا ببطء كي يحترق الكربون تماما ثم إلى ١٠٥°م لمدة ١٥ دقيقة وإلى أن يثبت الوزن وتترك البوتقة بمحتوياتها لتبرد بعد ذلك في مجفف ثم توزن بسرعة لتعيين وزن أوكسيد الكلسيوم.

ملحوظة : يزاعى وضع البوتقة بمحتوياتها في مجفف جيد نظرا لتقابلية أوكسيد الكلسيوم لامتنعاص الماء.

(ح) تقدير أوكسيد المغنسيوم .

يُنْخَر المحلول الحمض المحتفظ به لتقدير أوكسيد المغنسيوم إلى أن يصبح حجمه ٣٠ سم^٣ تقريبا ويضاف إليه بعد أن يبرد ٢١٠ من محلول حديث التحضير من فوسفات الامونيوم (١٠ ٪) ثم يجعل المحلول البارد قلويا بإضافة محلول الامونيا (وزنها النوعى ٠,٨٨٠) ويقلب بشدة ويضاف إليه ٢٠ سم^٣ من محلول الامونيا (وزنها النوعى ٠,٨٨٠) ويقلب بشدة ثانية ليبدأ الترسيب ثم يترك لليوم التالى فى حرارة تقل عن ٥٠ م° ويرشح الراسب على ورق ترشيح واتمان رقم ٢٤ أو ما يماثله ويغسل ٤ مرات بمحلول الامونيا المخفف (١ : ٢٩) ويستغنى عن الرشيع ومياه الغسل ثم ينقل الراسب إلى كأس الترسيب وتبلل ورقة الترشيح بمحضر التريك المخفف (١ : ١) وتغسل جيدا بالماء وتجمع مياه الغسل فى كأس الترسيب ويداب الراسب فى حمض التريك المخفف الساخن (١ : ١) ويخفف بالماء إلى أن يصبح حجم محلوله ٨٠ سم^٣ تقريبا ويضاف إليه ١ سم^٣ من محلول حديث التحضير من فوسفات الامونيوم (١٠ ٪) ثم يبرد المحلول ويجعل قلويا بإضافة محلول الامونيا (وزنها النوعى ٠,٨٨٠) ويقلب بشدة ثم يضاف إليه ٥ سم^٣ أخرى من محلول الامونيا (وزنها النوعى ٠,٨٨٠) ويقلب بشدة مرة أخرى ويترك لليوم التالى فى حرارة تقل عن ٥٠ م° ثم يرشح الراسب ويغسل جيدا بمحلول الامونيا المخفف البارد (١ : ٣٩) ويستغنى عن الرشيع ومياه الغسل ثم يحرق الراسب وورقة الترشيح فى بوتقة من البلاتين معلومة الوزن ويكون الحرق أولا عند حرارة

قدرها ١٠٠٠ م^٥ لمدة ١٠ دقائق وإلى أن يثبت الوزن ثم يؤزن المتبق على هيئة بيرو فوسفات المغنسيوم .

وزن بيرو فوسفات المغنسيوم بالجرامات $\times ٠,٣٦٢٣ =$ وزن
أكسيد المغنسيوم بالجرامات .

ملحوظة رقم ١ : تتأثر بورتقات البلاطين بشدة أثناء حرق الراسب عنه عدم غسله جيدا بحلول الامونيا المخففة أو إذا حرق الراسب حرقا شديدا جدا قبل تأكيد جميع الكربون .

ملحوظة رقم ٢ : إذا لوحظ وجود عنصر المنجنيز في العينة أثناء التحليل فإنه يجب عندئذ تصحيح وزن بيرو فوسفات المغنسيوم لانه يحوى وزن بيرو فوسفات المنجنيز في نفس الوقت فيذاب لذلك فوسفات المغنسيوم وفوسفات المنجنيز في ٢٠ سم^٣ من حمض الكبريتيك المخفف (١:١) ويضاف ٢٠ سم^٣ من حمض النتريك (وزنه النوعى ١,٤٢) ويخفف المحلول إلى ٩٠ سم^٣ بالماء ثم يضاف إليه ٤ جم من فوق يودات البوتاسيوم ويغلى لمدة دقيقة ويترك عند حرارة قدرها ٩٠ م^٥ لمدة ١٠ دقائق ثم يبرد ويخفف بالماء إلى أن يصبح حجمه ١٠٠ سم^٣ ويقارن لونه بأون محلول قياسى من المنجنيز أى نسبة المنجنيز فيه معلومة ويكون محضرا بنفس الطريقة كما يمكن تقدير المنجنيز باستخدام جهاز قياس اللون أو بجهاز الامتصاص ويخصم مقداره من وزن راسب البيرو فوسفات الكلى .

تقدير القلويات :

ملحوظة : من الضروري الاهتمام بتقدير عنصرى الصوديوم والبوتاسيوم الموجودين فى كيتى كربونات الكلسيوم وكلوريد الأمونيوم. المستخدمين فى تحديد القلويات بالعينات ويجب استبعاد مقدارى الصوديوم والبوتاسيوم الموجودين بالكاشفين من وزن كل منهما عند تقديرهما فى العينات .

الطريقة :

يطحن مقدار ٥,٠ جم من العينة المسحوقة سحقاً ناعماً مع ٥,٠ جم من كلوريد الأمونيوم ثم يطحن المخلوط ثانية مع ٣ جرامات من كربونات الكلسيوم فى هون من العقيق ويوضع ٥,٠ جم من كربونات الكلسيوم فى قاع بوتقة من البلاتين (ومن المفضل أن تكون البوتقة من النوع المعروف باسم «لورانس وسميث») وينقل المخلوط من الهون العقيق الى البوتقة ثم ينظف الهون بمقدار ٥,٠ جم آخر من كربونات الكلسيوم وتنقل هذه الكربونات لتغطية المخلوط المنقول الى البوتقة ويدج ما بالبوتقة بدقها برفق وإذا استخدمت بوتقة عادية من البلاتين لعملية الحرق فيجب عندئذ وضعها فى فتحة بلوح من الاسبستوس بحيث يكون نصفها الأسفل تحت لوح الاسبستوس . ثم تغطى البوتقة بغطائها وتسخن تسخيناً هيناً الى أن لا تلاحظ رائحة الأمونيا (ويراعى أن تساعد ثمة أبخرة بيضاء من كلوريد الأمونيوم. ما يدل على أن حرارة التسخين عالية جداً) . ثم يسخن لمدة ساعة بحيث

يكون الجزء الأسفل البوتقة الموجود بها طبقة كربونات الكالسيوم عند درجة قدرها 800°C ولكي تصبح القلويات قابلة للذوبان ولتفادي أى فقد لها وأية صعوبة في استخلاص المخاط بالماء فانه يجب حرق المخوط حرقا تاما ولا يجب صهره ثم تترك البوتقة لتبرد وتنقل المادة المتماسكة إلى جفنة من البلاتين أو من الصفي مع استعمال الماء الساخن لغسل البوتقة وتفتت المادة المتماسكة وتترك لمدة ثلاثين دقيقة مع ٨٠ سم^٣ تقريبا من الماء الساخن ثم ترشح بهمد ذلك على ورق ترشيح وإتمان رقم ٤٠ أو ما يماثله ويغسل المتبقى غسلا جيدا مرتين ويصفى كل مرة بنحو ٤٠ سم^٣ من الماء الساخن مع مراعاة تقليب المتبقى بالماء في كل مرة وبعد ذلك ينقل المتبقى إلى ورقة الترشيح ويغسل جيدا بالماء الساخن ويستغنى عنه (علما بأنه يجب أن لا يكون هناك متبقى صلب غير قابل للذوبان في حمض الهيدروكلوريك إذا كانت العينة قد تفككت أى انحلت تماما بواسطة عملية التماسك) ثم يجعل الرشيع حمضيا بإضافة حمض الهيدروكلوريك ويسخن إلى 90°C ويضاف إليه اسم^٢ من محلول كلوريد الباريوم (١٠ ٪) وذلك لإزالة أية كبريتات ثم يعادل المحلول تماما بمحلول الأمونيا المخففة (١ : ١) ويضاف إليه ١٠ سم^٢ من محلول كربونات الأمونيوم (٢٠ ٪) لترسيب الكالسيوم والباريوم الزائد ويرشح الراسب على ورق ترشيح وإتمان رقم ٤٠ أو ما يماثله ويغسل بالماء ثم ينقل الرشيع إلى جفنة من البلاتين ويبخر وبعد ذلك ينقل المتبقى من عملية التبخير إلى كأس الترسيب ويذاب في

حمض الهيدروكلوريك المخفف (١ : ١) بحيث تكون زيادته طفيفة وتغسل ورقة الترشيح جيداً بـ حمض الهيدروكلوريك أولاً ثم بالماء ثم يسخن المحلول إلى درجة الغليان وترسب كربونات الكالسيوم والباريوم ثانية بمعادلة المحلول تماماً بمحلول الأمونيا المخففة (١ : ١) وإضافة ١٠ سم^٢ من محلول كربونات الألومنيوم (٢٠٪) و يرشح على ورقة ترشيح واتمان رقم ٤ أو ما يماثله ويغسل الراسب جيداً بكميات صغيرة من الماء ويستغنى عن الراسب ويضاف الرشيح ومياه الغسل إلى المحلول المعد للتبخير في الجفنة ويكون التبخير حتى الجفاف وتزال آخر آثار الماء بالتسخين في فرن التجفيف عند ١٢٠° م لمدة ثلاثين دقيقة وذلك بما يمنع تناثر المادة المتبخرة أثناء إجراء العملية التالية وتسخن المادة المتبقية تسخيناً هيناً للتطاير أملاح الألومنيوم ومن المفضل إجراء هذه العملية في فرن كهربائي عند ٤٥٠° م ويجب عند إجراء التسخين على مصباح بنزن اتخاذ الحيطة في تفادي التسخين أكثر مما يلزم منعا لأي فقد للفلزات القلوية وتعالج محتويات الجفنة بنحو ٣ سم^٢ من محلول أو كسالات الألومنيوم (٤٪) ونقطة من الألومينا (وزنها النوعي ٨٨٠) وذلك لإذابة كلوريدات الفلزات القلوية وترسيب الكالسيوم المتبقى ثم تغلى الجفنة بزجاجة ساعة وتترك لليوم التالي ويرشح ما بها على ورقة ترشيح واتمان رقم ٥٠ أو ما يماثله ويستقبل الرشيح في جفنة من البلاتين ويغسل الراسب بمحلول أو كسالات الألومنيوم البارد (١٪) ويستغنى عن الراسب ثم يبخر الرشيح ومياه الغسل حتى

الجفاف مع مراعاة تغطية الجفنة بزجاجة ساعة إذا لزم الأمر تقادئة لأى فقد إذا ما تناثرت المسادة بفعل الحرارة وعند ما يصبح المتبقى تام الجفاف يسخن الى 450°C كما سبق شرحه لكى تتطاير أملاح الأمونيوم ثم يبال ما يتبقى من عملية التبخير بعد أن يبرد يوضع قطرات من حمض الهيدروكلوريك (وزنه النوعى ١,١٦) ويبخر حتى الجفاف ثم يسخن باحتراق الى 550°C تقريبا بحيث يكون التسخين عند درجة تقل عن الدرجة التى تسيح فيها كلوريدات الفلزات القلوية وتترك الجفنة لتبرد وتوزن لمعرفة وزنها وما بها من كلوريدات الفلزات القلوية المختلطة ثم يذاب المتبقى فى كمية صغيرة من الماء الساخن وينقل المحلول المتكون الى جفنة صغيرة من الصينى ويحتفظ به لتقدير الصوديوم أو البوتاسيوم ثم تسخن جفنة البلاتين وتبرد بعد ذلك وتوزن وبطرح وزنها من وزنها السابق وهما كلوريدات الفلزات القلوية .

ويجب اذا كان المتبقى غير قابل للذوبان تماما ترشيح الجزء الذى لم يذوب وحرقه مع ورقة الترشيح وخصم وزنه من وزن كلوريدات الفلزات القلوية المختلطة .

ويمكن تقدير عنصر الصوديوم أو عنصر البوتاسيوم مباشرة فى محلول كلوريدات الفلزات القلوية المحتفظ به ثم يعين وزن العنصر الآخر من وزن كلوريدات الفلزات القلوية المختلطة .

١ — تعيين أوكسيد البوتاسيوم وتقدير أوكسيد الصوديوم .

ملحوظة : قد تحدث انفجارات خطيرة من جراء تسخين حمض البركلوريك في وجود عنصر الكربون والمواد العضوية والزراب الخ. ويجب لذلك اجراء عمليات التبخير باحتراس في دولاب غازات نظيف .

١ — تعيين أوكسيد البوتاسيوم .

يضاف ٢ سم^٢ من حمض البركلوريك (وزنه النوعي ١,٢٠) إلى محلول كلوريدات الفلزات القلوية المحتفظ به في جفنة صغيرة من الصيني ويبخر المحلول على حمام مائي إلى أن تتكون مادة خائقة ذات قوام كالشراب تبرد وتخفف بعشر سنتيمترات مكعبة من الماء وتبخر حتى الجفاف ويبرد المتبقى من عملية التجفيف ويضاف إليه ١٠ سم^٣ من مخلوط الكحول « أ » ويقرب جيدا ثم يرشح في بوتقة من السيليكا مسامية القاع (رقم ٤) ذات وزن ثابت أو على طبقة من الاسبتوس وينقل الراسب إلى البوتقة باستخدام تيار دافق بسيط من مخلوط الكحول « أ » ثم يغسل الراسب ٥ مرات بخمس سنتيمترات مكعبة من هذا المخلوط في كل مرة ويغسل أخيرا مرتين بخمس سنتيمترات مكعبة من مخلوط الكحول « ب » وتخفف البوتقة لمدة ساعة عند ١٢٠° م ويوزن ما بها على هيئة بركلورات البوتاسيوم

بوكل ١ ، بالجرامات $\times 0,3399 =$ بو ١ بالجرامات

٢ — تحديد أوكسيد الصوديوم بعد تقدير أوكسيد البوتاسيوم

يمكن بعد معرفة وزن كلوريدات الفلزات القلوية المختلطة ووزن بركورات البوتاسيوم تحديد وزن أكسيد الصوديوم بواسطة المعاملين الآتين :

بوكل ١ بالجرامات $\times 0,5381 =$ بوكل بالجرامات

ص كل بالجرامات $\times 0,5303 =$ ص بالجرامات

(ب) تعيين أكسيد الصوديوم وتقدير أكسيد البوتاسيوم .

١ - تعيين أكسيد الصوديوم - ينقل محلول كلوريدات الفلزات القلوية المختلطة المحتفظ به إلى كأس صغير ثم يبخر حتى الجفاف تماما ويذاب المتبقى من عملية التبخير في أقل مقدار يمكن من الماء (مقدار قطرتين أو ثلاثة) ثم يضاف إليه ٢٠ سم^٣ من محلول خلاات الأورانيل والمغنسيوم ويقلب ثم يترك ليتركز لمدة ساعة عند حرارة ٢٠°م تزيد أو تنقص بمقدار درجة واحدة ثم يرشح خلال بوتقة من الزجاج مسامية القاع (رقم ٤) وينقل الراسب من الكأس إلى بوتقة الترشيح مع استخدام تيار دافق بسيط من محلول خلاات الأورانيل والمغنسيوم ثم يغسل الراسب ٥ مرات بخمس سنتيمترات مكعبة من الكحول المشبع بخلاات الأورانيل والمغنسيوم ويتبع ذلك بالغسل مرتين بالآثير بمقدار ٥ سم^٣ في كل مرة ويجفف الراسب بعد ذلك لمدة ٣٠ دقيقة عند ١١٠°م ويوزن على هيئة خلاات الأورانيل والمغنسيوم والصوديوم ص ما (يو ١) (ك ٢ يد ٣) (١) ٦,٥ يد ١ بالجرامات $\times 0,2058 =$ ص ١ بالجرامات

٢. تقدير أوكسيد البوتاسيوم بعد تعيين أوكسيد الصوديوم :

يمكن بعد معرفة وزن كلوريدات الفلزات القلوية ووزن خلاص الأورانيل أو المغنسيوم والصوديوم تقدير وزن أوكسيد البوتاسيوم في العينة بواسطة المعاملين الآتين :

$$\text{ص ما (يد ١) (ك ٢ يد ١) (ك ٢ يد ١) ١,٥ ٦,٥ يد ١ بالجرامات} \times \\ = ٠,٣٨٨ \text{ ص كل بالجرامات.}$$

$$\text{بوكل بالجرامات} \times ٠,٦٣١٧ = \text{بوم ١ بالجرامات}.$$

المواد الكيميائية المستخدمة

في عمليات التحليل الكيميائي الخاصة بالحراريات

يجب أن تكون جميع المواد الكيميائية الكاشفة من النوع الخاص بالتحليل وأن تكون مضمونة النقاء وأن يكون الماء المقطر هو الماء المستخدم في جميع عمليات التحليل.

١ — مخلوط الكحول د ١ : يخلط ٩٧ سم^٣ من الكحول النقي مع ٣ سم^٣ من الماء ومقدار ٠,٢٥ سم^٣ من حمض بركوريك (وزنه النوعي ١,٢٠) ثم يشبع هذا المخلوط ببركلورات بوتاسيوم .

٢ — مخلوط الكحول دب : يخلط ٥٠ سم^٣ من الكحول النقي مع ٥٠ سم^٣ من الاثير اللامائي .

٣ — كحول مشبع بخلات يورانييل مغنسيوم الصوديوم : ترسب خلات يورانييل مغنسيوم الصوديوم من محلول كلورور الصوديوم ويرج الراسب مع كحول نقي ثم تترك المادة المعلقة جانبا وترشح قبل الاستخدام مباشرة .

٤ — محلول الأمونيا : محلول أمونيا ووزنه النوعي ٠,٨٨٠ .

٥ — محلول الأمونيا (١ : ١) : يخفف ٥٠٠ سم^٣ من محلول الأمونيا (ووزنه النوعي ٠,٨٨٠) بالماء إلى أن يصبح حجم المحلول لترا واحدا .

٦ — محلول الأمونيا (١ : ٣٩) : يخفف ١٠ سم^٣ من محلول الأمونيا (ووزنه النوعي ٠,٨٨٠) بالماء إلى أن يصبح حجم المحلول ٤٠٠ سم^٣ .

٧ — كربونات الأمونيوم (٢٠ ٪) : يضاف ١٠٠ سم^٣ من محلول الأمونيا (ووزنه النوعي ٠,٨٨٠) إلى ١٠٠ جرام من كربونات الأمونيوم ثم يخفف كل ذلك بالماء إلى أن يصبح الحجم ٥٠٠ سم^٣ مع مراعاة التقليب إلى أن تذوب الكربونات .

٨ — نترات الأمونيوم (١ ٪) : يخفف ١٠ سم^٣ من حمض النتريك (ووزنه النوعي ١,٤٢) بالماء إلى ٢٠٠ سم^٣ تقريبا ثم يعادل بمحلول الأمونيا (١ : ١) ويخفف بالماء إلى أن يصبح الحجم لترا واحدا مع مراعاة أن يكون المحلول قويا خفيفا (ويختبر ذلك بأحر الميثيل) .

٩ — أوكسالات الأمونيوم (١٠ ٪) : يذاب ١٠ جرامات من أوكسالات الأمونيوم في الماء وتخفف بالماء إلى أن يصبح الحجم ١٠٠ سم^٣.

١٠ — فوسفات الأمونيوم (١٠ ٪) : يراعى دائما أن يكون هذا المحلول حديث التحضير يذاب جرامان من فوسفات ثنائي الأمونيوم الهيدروجينية في الماء ويخفف محلولا بالماء إلى أن يصبح الحجم ٢٠ سم^٣.

١١ — كلوريد الباريوم (١٠ ٪) : يذاب ١٠ جرامات من كلوريد الباريوم في الماء ثم تخفف بالماء إلى أن يصبح الحجم ١٠٠ سم^٣.

١٢ — ماء بروم (مشبع) برج ٥٠٠ سم^٣ من الماء مع ٢٠ سم^٣ من البروم في قنينة ذات سدادة من الزجاج .

١٣ — حمض الهيدروكلوريك : حمض هيدروكلوريك وزنه النوعي ١,١٦ .

١٤ — حمض الهيدروكلوريك (١ : ١) : يخفف ٥٠٠ سم^٣ من حمض الهيدروكلوريك (وزنه النوعي ١,١٦) بالماء إلى أن يصبح حجم المحلول اثرا واحدا .

١٥ — حمض الهيدروفلوريك : ٤٠ ٪ بالوزن .

١٦ — فوق أوكسيد الهيدروجين أو الماء الأوكسيجيني : (٢٠ حجا) .

١٧ — خلاط يورانيل مغنسيوم (مشبع) :

محلول (أ) : يضاف ٥٧ سم^٣ من حمض خليك ثلجي ولتر واحد من الماء إلى ٨٥ جرامات من خلاات يورانيل متبلورة .

محلول (ب) : يضاف ٥٧ سم^٣ من حمض خليك ثلجي ولتر واحد من الماء إلى ٥٠٠ جرام من خلاات مغنسيوم متبلورة .

ويغلى كل من المحلولين إلى ٧٠°م ويقلب إلى أن تذوب المواد ثم يخلط المحلولان ١٦ ب ويترك لمدة ١٢ ساعة لكي تنفصل خلاات يورانيل المغنسيوم الزائدة . ويجب أساسا أن يكون المحلول مشبعاً عند الحرارة التي يجرى فيها التقدير مثلاً عند ٢٠° زيادة أو نقص مقداره درجة واحدة .

١٨ — كاشف أحمر الميثيل : يذاب ١ جم من أحمر الميثيل في ٦٠ سم^٣ من الكحول الصرف ثم يخفف بالماء إلى أن يصبح الحجم ١٠٠ سم^٣ .

١٩ — حمض النيتريك : حمض نيتريك وزنه النوعى ١,٤٢ .

٢٠ — حمض النيتريك (١ : ١) : يخفف ٥٠٠ سم^٣ من حمض النيتريك (وزنه النوعى ١,٤٢) بالماء إلى أن يصبح الحجم لترا واحداً .

٢١ — حمض بركلوريك : وزنه النوعى ١,٢٠ .

٢٢ — ماء غسل كبريتيدى (حمضى) : يضاف ٢٠ سم^٣ من حمض كبريتيك (وزنه النوعى ١,٨٤) إلى لتر واحد من الماء ثم يمرر في المحلول تيار سريع من غاز كبريتور الهيدروجين لمدة ١٠ دقائق .

٢٣ — حمض كبريتيك : وزنه النوعى ١,٨٤ .

- ٢٤ — حمض كبريتيك (١ : ٠.١) : يضاف باحتراس ٥٠٠ سم^٣ من حمض كبريتيك (وزنه النوعي ١,٨٤) إلى ٥٠٠ سم^٣ من الماء مع مراعاة تبريد المحلول وتقليله جيدا أثناء إضافة الحمض ثم يخفف المحلول بالماء إلى أن يصبح الحجم لترا واحدا .
- ٢٥ — حمض كبريتيك (١ : ٩٠) : يضاف باحتراس ١٠٠ سم^٣ من حمض كبريتيك (وزنه النوعي ١,٨٤) إلى ٩٠٠ سم^٣ من الماء مع مراعاة تبريد المحلول وتقليله جيدا أثناء إضافة الحمض ثم يخفف المحلول بالماء إلى أن يصبح الحجم لترا واحد .
- ٢٦ — حمض طرطريك (١٠ ٪) يذاب ١٠ جرامات من حمض الطرطريك في الماء ثم يخفف المحلول بالماء إلى أن يصبح الحجم ١٠٠ سم^٣ .
- ٢٧ — حمض الثايوجليوكيك : ٩٠ ٪ بالوزن .

المحاليل القياسية

- ١ — محلول حديدي (المحلول الاحتياطي) : يذاب ١,٢٠٧٨ جم من شب الأمونيوم الحديدي المبلور في ماء دافئ ويضاف إلى المحلول بعد أن يبرد ٥ سم^٣ من حمض كبريتيك (وزنه النوعي ١,٨٤) ثم يبرد ثانية ويخفف بالماء إلى أن يصبح حجم المحلول الحديدي لترا واحدا .
- ٢ — محلول حديدي قياسي ، : يخفف ٢٥ سم^٣ من المحلول الحديدي الاحتياطي بالماء إلى أن يصبح الحجم لترا واحدا . يحوى كل ١ سم^٣ من المحلول المخفف ٠,٠٠٥ ملجم من أكسيد حديديك .
- ٣ — برمنجنات بوتاسيوم : يذاب ٠,٨ جم تقريبا من برمنجنات

بوتاسيوم في ٢٥٠ سم^٣ من الماء للحصول على محلول قوته ١,٠ ع. تقريبا
سم يغلى هذا المحلول لمدة ٥ دقائق ويرشح في بوتقة من الزجاج مسامية
القلع ويخفف بالماء بعد أن يبرد إلى أن يصبح الحجم ٢٥٠ سم^٣ ثم
يقوم بأوكسالات الصوديوم وتخفف أجزاء منه حسب الحاجة للحصول
تماما على محلول برمنجنات قوته ٢,٠ ع. ويحتفظ بمحلول البرمنجنات في
قنينة ملونة ذات سدادة من الزجاج .

٤ — محلول تيتينيوم (المحلول الاحتياطي) : تبخر أوكسالات
تيتانيل بوتاسيوم حتى الجفاف تقريبا مع حمض كبريتيك (وزنه
النوعى ١,٨٤) ويستخلص المتبقى بالماء ويفلى لكي تنميا كبريتات
التيتانيوم ثم ترشح ويغسل الراسب بالماء إلى أن يتخلص من الكبريتات
ثم يحرق ليتحول إلى أوكسيد تيتينيوم ويصهر بعد ذلك جرام واحد
من أوكسيد التيتينيوم النقي مع ١٠ جم من بيروكبريتات بوتاسيوم
ثم يذاب في ٢٠٠ سم^٣ من ماء به ٢٠ سم^٣ من حمض كبريتيك (وزنه
النوعى ١,٨٤) ثم يبرد ويخفف المحلول بالماء إلى أن يصبح الحجم
لتر واحد .

٥ — محلول تيتينيوم « قياسى » : يخفف ١٠ سم^٣ من محلول
التيتينيوم الاحتياطي بالماء عند اللزوم إلى أن يصبح الحجم ١٠٠ سم^٣
يحوى كل ١ سم^٣ من هذا المحلول المخفف ١,٠ ملجم من أوكسيد
التيتينيوم .

